

柯璟, 柯玉龙, 庄映辉, 等. 对几种固体氡源在标定测氡仪器中性能的探析[J]. 华南地震, 2015, 35(2): 43-49. KE Jing, KE Yulong, ZHUANG Yinghui, et al. The Analysis of the Performance in the Calibration of Radon Measurement Instrument by Several Kinds of Solid Standard Source[J]. South china journal of seismology, 2015, 35(2): 43-49.]

对几种固体氡源在标定测氡仪器中性能的探析

柯璟, 柯玉龙, 庄映辉, 林群

(广东省地震局汕头地震台, 广东 汕头 515063)

摘要: 对测氡仪器进行精确标定是氡测量工作中的重要环节, 分析了目前国内常用的三种固体源(RN-150型、GD-L2 流气式型、RN-FD 循环式型)在结构原理、使用操作方法两方面的差异, 并讨论了这些差异对标定结果准确度的影响。分析认为: RN-FD 型循环式固体氡气源是目前正在使用的几种氡气源中系统误差最小、标定效率最高、维护成本最低的氡标准气源。在实际使用中, 应根据固体氡气源的结构原理特点, 尽量避免不必要的操作误差, 减少对标定结果准确度的影响。

关键词: 固体氡气源; 测氡仪标定; 稳定性影响因素

中图分类号: P315.72 文献标志码: A 文章编号: 1001-8662 (2015) 02-0043-07

DOI: 10.13512/j.hndz.2015.02.007

Performance of Several Kinds of Solid Standard Source in the Calibration of Radon Measurement Instrument

KE Jing, KE Yulong, ZHUANG Yinghui, LIN Qun

(Shantou Seismic Station, Earthquake Administration of Guangdong Province, Shantou 515063, China)

Abstract: Calibrating radon measurement instrument precisely is an important step in radon measurement. This paper analyzes the differences between the structure principle and the operation methods of the three domestic commonly used solid sources (RN-150 type, GD-L2 current type and RN-FD circular type). It also discusses the influence of the differences on the accuracy of the calibration results. It suggests that the solid source RN-FD circular type is the standard radon gas source with the minimal system error, the highest calibration efficiency and the lowest maintenance cost among the several currently used radon gas sources. In actual use we should try to avoid unnecessary operating errors based on the characteristics of the structure principle of standard radon gas source, thus reducing the influence on the accuracy of the calibration results.

Key words: Solid standard source; Calibration of radon measurement instrument; Influencing factors of stability

收稿日期: 2014-09-27

作者简介: 柯璟 (1985-), 女, 助理工程师, 主要从事地震监测与研究.

E-mail: kj8100@sina.com.

0 引言

众所周知,在氡测量工作中,为了得到准确可靠的观测资料,必须对所用的测氡仪器进行精确标定。自从我国地震台网开展氡观测以来,在测氡仪器的标定中,早期采用液体镭源法,液体源在制备、分装、使用、运输和保管等各个环节中存在不少问题,造成标定质量得不到保证:标定周期长、效率低;标定工作易受环境条件和人为操作影响;使用中存在着危险性,液体镭源寿命短,易报废,因此无法建立全国统一的技术标准。随着1987年加拿大生产的RN-150型固体氡气源的引进及后来国产FD-3024型固体氡气源的使用,固体氡气源标定法显而易见的优点使液体镭源标定法随之淘汰。

目前地震台网主要使用的固源有加拿大RN-150型固体氡气源(包括国产FD-3024型固体氡气源),GD-L2流气式固体氡气源及RN-FD型循环式固体氡气源。上述三种固体氡气源因为构造不同,取源方式有差别,造成实际使用效果有差异,所以有必要对不同固源因使用操作方法不同对标定结果造成的不同的影响做对比分析,以便针对存在问题给出解决方案^[1]。

1 测氡仪器标定的特点

在实验室中,液体的精确转移可以用滴定管、

移液管等,对精确度要求不高的可以使用量筒。测氡仪器标定的关键是气体的定量转移,气体的定量转移要比液体的定量转移困难得多,因气体肉眼看不到,其转移过程只能靠理性判断操作,转移过程的失误也不象液体转移一样能被及时发现,如果某一环节出现差错或者方案有缺陷导致标定结果不合要求也不易被发现。

测氡仪器标定的另一特点是氡气是一种放射性气体,其本身也由放射性物质产生,其本身浓度或绝对量都处于不停变化的动态平衡,随着所处空间及时间的改变都会发生量的变化,不同的固源由于取源方式不同也就对标定结果有不同的影响^[2-3]。

2 RN-150型固体氡气源标定方法探析

2.1 构成原理

氡气固体标准源的储气罐底部特制的铅盒内装有固体放射性镭源(²²⁶Ra),该镭源不断衰变产生氡气,在10~12个氡的半衰期(3.825 d)后,储气罐内的氡气达到放射性平衡(即 $1-e^{-\lambda t} \approx 1$)状态,氡气的量保持不变。使用氡气固体标准源时,用装置内标准体积的定值分配器量取储气罐中氡气总量的约0.1%,送入测氡仪器进行测量。由于镭源的活度、衰变速率和体积都是确定的,所以每次吸取的氡气量也是确定的,可以用来对测氡仪器进行标定。

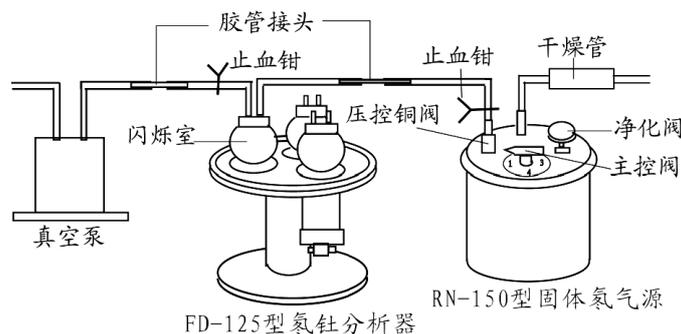


图1 用RN-150型固体氡气源标定FD-125型氡钍分析器连接示意图

Fig.1 Connection diagram of FD-125 radon-thorium analyzer calibrated by RN-150 radon source device

2.2 标准氡气转移方法

(1) 闪烁室抽真空。将带有橡胶管的压控铜阀小心接在固体氡气源装置上标有“接室”的接口上,通过玻璃管连接,用止血钳在靠近压控铜阀处夹紧橡胶管。氡气固体源上“主控阀”旋钮

的胶木手柄在“关”的位置。抽真空3 min后,用止血钳在真空泵与闪烁室之间靠近闪烁室一方夹紧橡胶管,断开真空泵与闪烁室的连接并关停真空泵。

(2) 吸取氡气。松开固体氡气源压控铜阀橡胶

管上止血钳,将主控阀顺时针方向拨至“抽气”位置上。保持 15 s,将主控阀顺时针拨至“源”的位置,吸取氡气 15 s,再将主控阀顺时针拨至“接室”位置,迅速打开净化阀(逆时针方向旋转,转不动为止),保持 30 s,记下开始吸源的时间。将主控阀顺时针方向拨至“关”位置上。用止血钳夹紧闪烁室上橡胶管,断开闪烁室和氡气固体源的连接,关闭净化阀(顺时针旋转到底为止)。以此为开始时间,取下闪烁室,按水氡观测技术规范静置 1 h 后,再行测量,即可求出测氡仪器 K

值。其 K 值的表达式为:

$$K = \frac{A}{(I-I_0) \text{ 或 } (N-N_0)} \left[\frac{\text{贝}}{(\text{格或脉冲})/\text{分}} \right] \quad (1)$$

式(1)中, A 为标准氡气固体源的分配活度值,单位: Bq; I 为标定电离电流读数,单位: 格/min; I_0 为本底电离电流; N 为脉冲计数值,单位: 脉冲/min; N_0 为本底脉冲计数值。

标定实例见表 1,从标定结果看,各次标定相对误差最高值在 2.0%~4.1%之间,小于规范要求的 5%,精度达标。

表 1 广东信宜台 FD-125 型氡钍分析器闪烁室各次标定结果

Table.1 The results of each calibration of FD-125 radon-thorium analyzer in Xinyi seismic station

闪烁室号	标定序号	氡气标称分配活度/Bq	各次标定 K 值	仪器 K 值(Bq/脉冲/min)	各次标定相对误差/%
12	1	19.74	0.007 35	0.007 59	-3.2
	2	19.74	0.007 61		0.3
	3	19.74	0.007 81		2.9
14	1	19.74	0.007 65	0.007 81	-2.0
	2	19.74	0.007 90		1.2
	3	19.74	0.007 88		0.9
15	1	19.74	0.007 53	0.007 78	-3.2
	2	19.74	0.008 10		4.1
	3	19.74	0.007 72		-0.8

2.3 优缺点分析

2.3.1 优点

(1) 标定的 K 值精度高: 储气罐内标准氡浓度是固定的, 由装置内的定值分配器取出的标准氡体积也是固定的, 所以每次取出的标准氡标称分配活度也是固定的, 多次重复标定相对误差大多在 2% 左右, 最大不超过 4%。

(2) 标定时间周期短, 效率高。固体源不需要封存积累, 随时都可以吸源标定, 单次标定可缩短 24 h, 而且装置内定值分配器的容量仅占装置内标准氡体积的 0.1%, 即使多次取源, 也不会对装置内标准氡的浓度造成大影响, 所以一台仪器一天可重复标定二次。

(3) 取源程序标准化, 操作简便、易于掌握, 只要严格按照使用手册上的操作步骤进行操作, 就能完成取源过程, 取源过程不受温度、湿度环境条件的影响。

(4) 装置密封度紧密可靠, 使用寿命长、安全, 无放射性物质泄漏污染的危险。

(5) 大大节约配置液体源和处理废源的投资, 具有显著的社会经济效益。

2.3.2 缺点

(1) 系统真空度直接影响标定结果, 在实际操作中, 取源量无法达到使用手册标准值: 因为按照使用手册上的规定, 每次取源是先由已抽真空的闪烁室与装置内充满空气的定值分配器连接, 使定值分配器达到真空状态, 再由真空状态的定值分配器利用负压去吸取装置内的标准氡, 然后再利用闪烁室的负压把定值分配器内的标准氡吸入闪烁室内。由于定值分配器的容积占闪烁室容积的 3%, 所以即使达到理想真空状态的闪烁室与充满空气的定值分配器连接、达到气压平衡时, 定值分配器内的真空度也只达到了标准真空度的 97%, 由此吸取标准氡的量只有标准值的 97%, 会造成最终标定出来的测氡仪 K 值准确度存在 3% 的系统误差。在实际标定过程中发现, 由于天气及真空泵本身的原因, 每次标定的系统真空度很难达到一致, 这将直接影响标定结果的一致性。

(2) 理论上固体源寿命是“无限长”的, 但实际是随着固体源使用时间的加长, 装置内定值分配器会因老化而密封度下降, 所以当闪烁室利用负压从定值分配器内吸取标准氡时, 可能出现把装置内、定值分配器外的标准氡也部分吸走的

情况, 吸取比标准值多的标准氦会造成标定出来的测氦仪的 K 值比真实值低。为了能及时发现这种情况, 使用规定每 4 年要把固体源送兰州局检测。

③固体源的金属外壳密封紧密, 定值分配器在源装置内各部件是连成一体, 而且连接点很多, 若其中某一连接点松动导致漏气出现的情况, 装置即无法继续使用。

3 GD-L2 流气式固体氦气源标定方法探析

3.1 构成原理

GD-L2 流气式固体氦气源由装有特殊的含镭物质并有足够屏蔽厚度的金属容器、阀门、过滤器、托板及恒流泵组成。

GD-L2 流气式固体氦气源是一种能产生确定量氦气的发生器。由于镭的半衰期长达 1 602 年, 而且氦源中特殊含镭物质的射气系数稳定且高达 95% 以上, 所以氦的产生率 P_{Rn} 是非常稳定的, 当空气流量 f 恒定时, 气流中的氦放射性活度浓度 C_{Rn} (Bq/L) 就会趋向一个恒定值。这个恒定浓度的

气流可以作为氦的标准样品用来标定各种测氦仪。氦的产生率除以空气流量再乘以闪烁室体积就是氦标准样品的活度值:

$$A_{Rn} = (P_{Rn} / f) \times V \quad (2)$$

式(2)中: A_{Rn} 为氦的放射性活度, 单位: Bq; P_{Rn} 为氦的产生率, 单位: Bq/min; f 为空气流量, 单位: L/min; V 为闪烁室体积, 单位: L。

$$K = A_{Rn} / (N - N_0) \quad (3)$$

式(3)中: K 为闪烁室标定值, 单位: Bq/(脉冲/min); N 为每分钟的脉冲计数值, 单位: 脉冲/min; N_0 为本底脉冲计数值。

3.2 标定方法

根据该装置工作原理及其特点, 按照该装置使用手册要求, 采用常压开放式采样法进行标定, 标定仪器为 FD-125 型氦钍分析器: 首先连接氦源与恒流泵以 5 L/min 的流量排空 2 h 以排出累积的氦, 再用 2 L/min 的流量接入闪烁室连续采样 20 min, 停泵 15 s 让管路系统中的气压恢复到常压后夹紧闪烁室, 然后静置 1 h (从采样开始时间起算) 后计算测量, 根据公式 (2)、(3) 计算标定 K 值^[3](如图 2)。

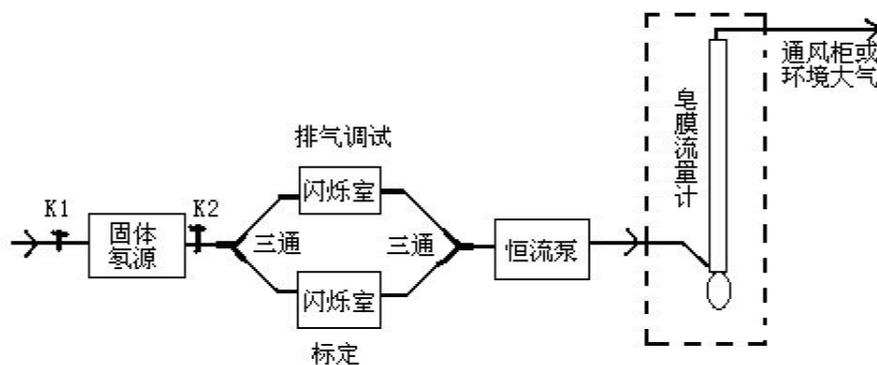


图 2 用 GD-L2 氦源装置标定 FD-125 型氦钍分析器连接示意图

Fig.2 Connection diagram of FD-125 radon-thorium analyzer calibrated by GD-L2 radon source device

从表 2 的标定结果看, 各次标定相对误差最高值在 0.5%~3.2% 之间, 小于规范要求的 5%, 精度达标。

3.3 影响标定结果的因素分析

进源流量对标定结果的影响: 从该装置的标定原理及公式(2)可知, 标定时氦的活度值由氦的产生率决定, 其中 P_{Rn} 和 V 都是固定不变的, 唯一的变量是 f , 所以, 标定的关键环节是控制好进源流量。根据规范要求, 测氦仪器多次标定的精密

度应优于 $\pm 3\%$, 因此, 在不考虑其他误差因素的情况下, 进源流量变化范围也应远优于 $\pm 3\%$, 该装置使用手册要求进源时流量为 2 L/min, 那么其流量变化范围应至少控制在 1.94~2.06 L/min。

3.4 优缺点分析

(1) 优点。单位时间内固体氦气源的产氦量是固定的, 恒流泵的流速可在 1~5 L/min 之间调整, 从而使由空气流过氦源时带进闪烁室内的标准氦量可调节, 有利于台站人员根据日常测氦点

表 2 福建福州水化站 FD-125 型氡钍分析器闪烁室各次标定结果^[3]

Table 2 The results of each calibration of FD-125 radon-thorium analyzer in Fuzhou seismic station

闪烁室号	标定序号	计算 K 值	标定 K 值	相对误差/%
13#	1	0.007 86	0.008 00	-1.8
	2	0.008 13		1.6
	3	0.008 00		0.0
005#	1	0.008 83	0.008 84	-0.2
	2	0.008 89		0.5
	3	0.008 85		-0.1
267#	1	0.007 73	0.007 49	3.20
	2	0.007 45		-0.50
	3	0.007 29		-2.70
021#	1	0.008 28	0.008 30	-0.2
	2	0.008 27		-0.4
	3	0.008 36		0.7
14#	1	0.007 68	0.007 68	0.0
	2	0.007 61		-0.9
	3	0.007 74		0.9
15#	1	0.008 08	0.007 85	2.9
	2	0.007 79		-0.8
	3	0.007 67		-2.3
3#	1	0.008 58	0.008 36	2.3
	2	0.008 43		0.8
	3	0.008 10		-3.1
12#	1	0.007 5	0.007 27	3.2
	2	0.007 50		-1.4
	3	0.007 15		-1.7

的氦量来选取相应的取氦量,使标定出来的测氦仪 K 值更符合日常测氦点氦量的测量。

(2) 缺点。在取源过程中,取源的空气流速不完全受恒流泵控制,还会受管道大小、管路通畅度及外界气压、温度等因素影响,所以恒流泵上设定的流速无法真正反映真实流速,如果要确定真实流速,则需要用皂膜流量计来测量,但现在大多数台站不使用此种流量计。使用手册规定恒流泵每两年应返厂校准一次。

4 RN-FD 型循环式固体氦气源标定方法探析

4.1 构成原理

RN-FD 型循环式固体氦气源是由加拿大 RN-150 型固体氦气源(包括国产 FD-3024 型固体氦气源)改造而来,具体是利用固体镭源,更换较大的足够屏蔽厚度的金属外壳,整体密封,金属容器上方有 2 个出气口阀门、2 个进气口阀门(其中 2 个为

备用阀门)、一个密封抽气泵及电源插头等配件^①。

其氦气的生成原理与 RN-150 型固体氦气源是一致的。在正常的环境条件下,由于该固体 226 Ra 源的强度是已知的,故放射出氦气在封闭空间达到平衡时标准氦的总量也是确定的,固体源装置的体积也是已知的,封闭 30 d 后氦放射达到平衡氦的活度浓度 C_{Ra} 就已经基本恒定了。可以利用定值分配器(图 3)提取微量(1‰源体积)的有效氦气来标定各种测氦仪。其 K 值的表达式为:

$$K = \frac{A}{(I-I_0) \text{ 或 } (N-N_0)} \left[\frac{\text{贝可}}{(\text{格或脉冲})/\text{分}} \right] \quad (4)$$

式(4)中, A 为标准氦气固体源的分配活度值,单位: Bq; I 为标定电离电流读数,单位: 格/min; I_0 为本底电离电流; N 为脉冲计数值,单位: 脉冲/min; N_0 为本底脉冲计数值。

分配活度值的表达式为: $A = \text{固体源的强度} \times \text{定值分配器体积/固体源体积}$

例如: 广东汕头台的 RN-FD 型循环式固体氦气源总强度为 24.0 Bq, 固体源体积为 119.2 L, 定

① 地下流体学科技术管理组. RN-FD 型循环式固体氦气源使用手册, 2012.

值分配器体积为 100 mL, 即可计算出 $A=20.1 \text{ Bq}$ 。

4.2 标定方法

使用时将金属容器上方的出气口、进气口与小型抽气泵的进气口、出气口及闪烁室(或定值分配器)连接构成一个封闭的内循环系统, 打开小型

抽气泵, 让闪烁室(或定值分配器)内的空气完全被氦标准气代替, 静置 1 h 后(从采样开始时间起算), 根据所吸取的氦标准气的标称活度和仪器读数来计算 K 值。从表 3 标定结果看, 各次标定相对误差最高值在 0.6 %~1.6 %之间, 小于规范要求的 5%, 精度达标^[4]。

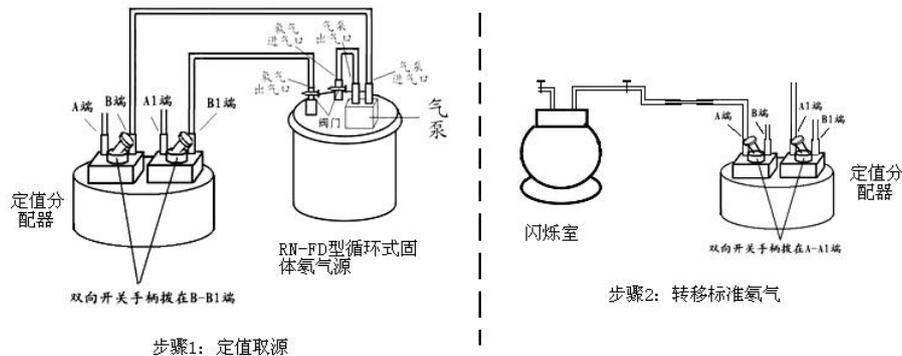


图 3 RN-FD 型循环式固体氦气源标定 FD-125 型氡钍分析器连接示意图

Fig.3 Connection diagram of FD-125 radon-thorium analyzer calibrated by RN-FD radon source device

表 3 广东汕头台 FD-125 型氡钍分析器闪烁室各次标定结果

Table 3 The results of each calibration by FD-125 radon-thorium analyzer in Shantou Seismic Station

闪烁室号	标定序号	氦气标称分配活度/Bq	各次标定 K 值	仪器 K 值/Bq/(脉冲/min)	各次标定相对误差/%
	1	20.1	0.008 01		0.4
1#	2	20.1	0.007 85	0.007 98	-1.6
	3	20.1	0.008 09		1.4
	1	20.1	0.008 36		-0.6
2#	2	20.1	0.008 42	0.008 41	0.1
	3	20.1	0.008 46		0.6
	1	20.1	0.008 35		0.2
3#	2	20.1	0.008 25	0.008 33	-1.0
	3	20.1	0.008 38		0.6

3.3 优点与不足分析

该标准源集中了前两种固体氦气源的优点, 使用过程中无须再送检; 从构造及原理上看, RN-FD 型循环式固体氦气源内部没有安装定值分配器, 使得标准源内部构造简单, 源体于外界连接的只有两个阀门, 台站人员可自行检测阀门的密闭性, 无需定期长度跋涉的把标准源送到专业部门检测, 从而避免标准源在运输过程中造成二次损坏; 如果阀门老化密封度下降, 台站人员也可自行购买新阀门进行更换, 不用送往专业部门维修。

在取源过程中, 由于采用开放式取源, 为了保证固体源的标准稳定, 取源操作必须严格按照使用手册规范来操作, 特别要保证所有连接处结实可靠, 绝不能出现在小型抽气泵尚在运行状态

下断开连接的情况, 否则会使氦标准气外溢从而对源内标准氦浓度造成影响, 使固体源在一段时间内将失去准确性。若断开时间超过 1min 以上, 固体源要花较长的时间来恢复源内标准氦浓度的稳定性, 导致短时间内无法进行标定。

5 结语

Rn-150 型固体氦气源作为早期引进的固体标准源, 氦气源生成原理清楚, 能长期产生浓度稳定的氦气源。标定仪器时标准氦气定量转移过程瞬间完成, 标定原理清晰。实际使用具有一定的准确度和较高的精密度。对于新的固体源, 因配件密封是有保障的, 标定测氦仪时关键环节是保证仪器的密封性能和有足够的真空度。固体源使

用较长时间后就要注意源体内部定值分配器的密封性能,一旦出现接口泄漏,装置即无法继续使用,只能改造成RN-FD循环式固体源了。

GD-L2 流气式固体氦气源易于携带,只要准确控制好进源流量,就能保证标定结果的精度。取源氦气活度值大小可通过改变装置流量来完成。但实际上恒流泵是无法给定准确流量的,为了标定 K 值具有较高的准确度,必须用精密流量计测定取源时的准确气流量。

RN-FD 型循环式固体氦气源构造简单,氦气源生成原理清楚,能长期产生浓度稳定的氦气源;由于采用常压取源,用定值分配器来转移氦标准气,取源体积准确,对应氦标称活度值也是准确的;不同台站还可根据实际需要制作50~100 mL容积的定值分配器来转移氦标准气,所以用该固体源标定测氦仪有较高的准确度。用100 mL容积的定值分配器来转移氦标准气,连续取源10次氦源浓度变化不到1%,仪器标定有较高的精密度;用定值分配器来转移氦标准气每次过程只需几分钟,一个固体源同时可对多台仪器进行标定,标

定效率较高。虽然也有可能出现阀门等配件年久老化问题,但阀门等配件能单独更换,所以不影响氦气源的长期使用。相比较而言该氦气源应该是目前正在使用的几种氦气源中系统误差最小、标定效率最高、标定精度最高、维护成本最低的氦标准气源。

三种固体源的结构不同,各有优缺点,在实际使用中,应根据各自结构原理特点,尽量避免不必要的操作误差,减少对标定结果准确度的影响。

参考文献:

- [1] 杜文勇, GD-L2 型流气式固体氦源标定测氦仪的方法及影响因素浅析[J]. 防灾科技学院学报, 2013, 15 (3): 67-71.
- [2] 柯璟, 柯玉龙. 汕头地震台氦固体标准源优化改造方案[J]. 华南地震, 2013, 33 (1): 72-80.
- [3] 张清秀, 孔令昌, 江劲军, 等. 新型流气式固体氦源用于氦仪器标定的试验研究[J]. 华南地震, 2012, 32 (3): 60-67.
- [4] 杨鼎鸿, 邓聪, 程庆斌, 等. 宁德一号井数字化气氦干扰因素分析研究[J]. 华北地震科学, 2013, 31 (3): 63-67.